

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-97041

(P2002-97041A)

(43) 公開日 平成14年4月2日 (2002. 4. 2)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マ-ト* (参考) |
|-------------------------------------|------|---------------|-------------|
| C 0 3 C 27/12 | | C 0 3 C 27/12 | D 4 G 0 6 1 |
| B 6 0 J 1/00 | | B 6 0 J 1/00 | H 4 J 0 0 2 |
| C 0 8 K 3/22 | | C 0 8 K 3/22 | |
| 5/07 | | 5/07 | |
| 5/098 | | 5/098 | |
| 審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁) 最終頁に続く | | | |

| | | | |
|--------------|------------------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願2001-28321 (P2001-28321) | (71) 出願人 | 000002174 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号 |
| (22) 出願日 | 平成13年2月5日 (2001. 2. 5) | (72) 発明者 | 小幡 真稔 滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業 株式会社内 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2000-216083 (P2000-216083) | (72) 発明者 | 吉岡 忠彦 滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業 株式会社内 |
| (32) 優先日 | 平成12年7月17日 (2000. 7. 17) | (72) 発明者 | 青島 嘉男 滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業 株式会社内 |
| (33) 優先権主張国 | 日本 (J P) | | |
| | | 最終頁に続く | |

(54) 【発明の名称】 合わせガラス用中間膜及び合わせガラス

(57) 【要約】

【課題】 安定した接着性を有し、かつ、吸湿により合わせガラス周辺部の白化が起こり難く、さらに金属微粒子を含有させたときでも適正な接着力を発現する合わせガラス用中間膜、及び、それを用いた合わせガラスを提供する。

【解決手段】 合わせガラス用中間膜として、可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜からなり、少なくとも1種以上のキレート剤を含有するものを使用する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、少なくとも1種以上のキレート剤を含有することを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項2】 キレート剤がジケトン類であることを特徴とする請求項1記載の合わせガラス用中間膜。

【請求項3】 接着力調整剤としてアルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩からなる群より選ばれる少なくとも1種以上を含有することを特徴とする請求項1又は2記載の合わせガラス用中間膜。

【請求項4】 可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、接着力調整剤として分子内でキレート構造をとる金属塩を含有することを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項5】 分子内でキレート構造を有する金属塩がアセチルアセトン金属塩であることを特徴とする請求項4記載の合わせガラス用中間膜。

【請求項6】 さらに金属微粒子が添加されてなることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の合わせガラス用中間膜。

【請求項7】 金属微粒子がITOであることを特徴とする請求項6記載の合わせガラス用中間膜。

【請求項8】 請求項1～7のいずれか1項に記載の合わせガラス用中間膜が用いられてなることを特徴とする合わせガラス。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】この発明は、良好な接着力を維持すると共に、吸湿による白化が起こり難く、かつ透明性、耐候性に優れた合わせガラス用中間膜及びそれを用いた合わせガラスに関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、積層安全ガラスは建築用、自動車用に広く使用されている。この積層安全ガラスは、ガラスを可塑化したポリビニルアセタール樹脂から製された中間膜を介して積層、貼合わせたものが代表的である。このような積層安全ガラスは、透明性、耐候性、接着性が良好であると共に、耐貫通性が優れる。例えば、この積層安全ガラスに衝撃が加えられると、ガラスが破損してもガラスの間に介在させられた中間膜は容易に破損せず、しかもガラスは破損後においても中間膜に貼着したままで存在するため、破損したガラス破片が飛散することは少なく、これによって輸送機関や建造物の中にいる人身をガラスの破片による傷害から保護することができる。

【0003】しかしながら、安全ガラスとしての機能を満足するには、中間膜とガラスとの接着力が高ければ高いほどよいというわけではなく、ある範囲内で調節される必要がある。これは自動車事故等では運転者、乗客が

ガラスに衝突するときの衝撃吸収及び貫通防止のためであり、建造物の場合は外部からの飛来物に対する貫通防止、ガラス飛散防止に対応するためである。即ち、ガラスと中間膜との接着力が小さい場合には、衝撃によって破損したガラスが中間膜より剥がれて飛び散ってしまい、接着力が大きい場合には、ガラスと中間膜が同時に破損して貫通が起こる。これに対して、接着力が適正な範囲にある場合には、①ガラスの割れが広い範囲で起こり、②割れると同時に部分的にガラス／中間膜の界面剥離が起こり、③膜が延びる、という3段階で衝撃のエネルギーが大きく吸収されるため、効果的に貫通が防止される。

【0004】このため、中間膜の接着力を調整するために種々の接着力調整剤が検討されてきたが、現状では主にカルボン酸の金属塩が用いられている（特公昭48-5772号公報、特開昭50-121311号公報等）。従来より、比較的炭素数の大きいカルボン酸の金属塩が、可塑剤に溶解することから用いられているが、最近では炭素数の小さいカルボン酸の金属塩、例えば、蟻酸カリウム、酢酸カリウム、酢酸マグネシウム等が提案されている（特開平5-186250号公報等）。

【0005】しかしながら、上記接着力調整剤は接着力安定性と耐湿性に問題点があった。特に炭素数の小さいカルボン酸の金属塩を使用した合わせガラスを高湿度の雰囲気下で放置したとき、周辺部の中間膜の含水率が上昇し白化するという現象が起こるが、このときの白化の状態が耐湿性が評価される。白化は、接着力調整剤の量が多くなるほどその程度が大きくなる。従って、接着力を維持しつつ接着力調整剤の量を減らすことが必要となってくる。白化の原因となる接着力調整剤の量を減らす手段として、「ポリビニルアセタール樹脂と、可塑剤、カルボン酸金属塩及び直鎖脂肪酸を含有する樹脂組成物からなる合わせガラス用中間膜」が開示されている（特開平7-41340号公報）。

【0006】しかしながら、上記合わせガラス用中間膜を用いた合わせガラスは、耐湿試験後の中間膜周辺部の白化を低減させる効果がある程度あるものの、まだ十分とはいえなかった。また、有機酸の添加量が多くなると中間膜が黄変することがあり、経時で接着力が変化するという問題があった。さらに成膜時はそれほど問題にならなくても、耐湿試験後に中間膜が黄変することもあった。

【0007】また、上記接着力調整剤は、ガラスの種類によって接着力の変動が大きくなるという問題点があった。更に、フロートガラスには、トップ面とボトム面とがあり、その製造過程で熔融金属と接する面がボトム面であるため、トップ面とボトム面とで中間膜との接着力が異なるという問題点があった。

【0008】また、最近、自動車フロントガラス等には熱線をカットするために、金属／金属酸化物の多層コー

ティングが施されたガラスが多く使用されているが、このようなガラスは、コーティング面と非コーティング面とで接着力が異なる。通常、コーティングは、合わせガラスに使用する2枚のガラスのうち、いずれか片面の中間膜と接する側に施されるために、コーティング面と非コーティング面とで接着力が異なることが重要な問題となる。さらに、上記接着力調整剤のうち、炭素数の大きいカルボン酸の金属塩には、経時で接着力が変化し易いという問題点もあった。

【0009】また、最近中間膜に機能性金属微粒子を含有させて、中間膜に機能性をもたせる試みが数多くなされている。しかしながら、中間膜に金属微粒子を含有させると、接着力調整剤と金属微粒子とが相互作用して接着力が大きく変動するため、適正な接着力を得るのが困難であるという問題点もあった。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の問題を解決するもので、その目的とするところは、安定した接着性を有し、かつ、吸湿により合わせガラス周辺部の白化が起こり難く、さらに金属微粒子を含有させたときでも適正な接着力を発現する合わせガラス用中間膜、及び、それを用いた合わせガラスを提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載された発明（以下、第1発明という）の合わせガラス用中間膜は、可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、少なくとも1種以上のキレート剤を含有することを特徴とする。

【0012】請求項4に記載された発明（以下、第4発明という）の合わせガラス用中間膜は、可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、接着力調整剤として分子内でキレート構造をとる金属塩を含有することを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【0013】第1発明の合わせガラス用中間膜としては、ポリビニルアセタール樹脂、可塑剤、キレート剤並びにアルカリ金属塩及び／又はアルカリ土類金属塩からなるものが好適に用いられる。

【0014】上記ポリビニルアセタール樹脂は、従来より安全ガラス用中間膜として用いられているものが使用され、具体的には、アセタール化度60～75モル%、重合度800～3000のポリビニルブチラールが好適に使用される。

【0015】上記可塑剤としては、例えば、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート（3GO）、トリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート（3GH）、ジヘキシルアジペート（DHA）、テトラエチレングリコールジヘプタノエート（4G7）、テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート（4GO）、トリエチレングリコールジヘプタノエー

ト（3G7）等が挙げられ、これらは単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

【0016】上記可塑剤の添加量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して、20～60重量部が好ましい。

【0017】上記キレート剤としては、特に限定されるものではなく、EDTA（エチレンジアミン四酢酸）類、 β -ジケトン類が使用可能であり、これらの中で樹脂や可塑剤と相溶性のよいものを用いることが好ましい。このようなキレート剤としては、特に β -ジケトン類、 α -ヒドロキシカルボニル化合物、 β -ヒドロキシカルボニル化合物が好ましく、より好ましくはアセチルアセトンである。上記アセチルアセトン以外には、ベンゾイルトリフルオロアセトン、トリフルオロアセチルアセトン、ジピバロイルメタン等が用いられる。

【0018】上記キレート剤は、後述の接着力調整剤として用いられるアルカリ金属塩及び／又はアルカリ土類金属塩の金属部分に配位し、これら金属塩を高分散させることにより耐湿性を向上させる効果を発現する。上記金属塩を使用すると高湿度下において合わせガラス周辺部が白化することがあるが、その原因は、中間膜中に存在する金属塩の凝集部分に水分が集まるためである。

【0019】また、キレート剤によって接着力を安定させることができるが、その理由はキレート剤が接着力調整剤の金属部分に配位して、接着力調整剤である金属塩を保護することにより、接着力調整能力の失活を防ぐためと考えられる。

【0020】上記キレート剤の添加量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して、0.001～2重量部が好ましく、より好ましくは0.01～1重量部である。添加量が、0.001重量部より少なくなると効果が発現しにくく、2重量部を超えると中間膜の製膜時に発泡したり、合わせガラス作製時に発泡を生じる恐れがある。

【0021】上記アルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩としては、特に限定されず、例えば、カリウム、ナトリウム、マグネシウム等の金属の有機酸塩又は無機酸塩が挙げられる。上記有機酸としては、例えば、オクチル酸、ヘキシル酸、酪酸、酢酸、蟻酸等のカルボン酸が挙げられ、無機酸としては、例えば、塩酸、硝酸等が挙げられる。上記アルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

【0022】上記アルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩としては、炭素数2～16の有機酸のアルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩が好ましく、より好ましくは炭素数2～16のカルボン酸のマグネシウム塩である。上記カルボン酸のマグネシウム塩としては、例えば、酢酸マグネシウム、プロピオン酸マグネシウム、2-エチルブタン酸マグネシウム、2-エチルヘキサン酸マグネシ

ウム等が好適に用いられる。

【0023】上記アルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩の添加量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して、0.001~0.5重量部が好ましく、より好ましくは0.01~0.2重量部である。添加量が、0.001重量部より少なくなると、高湿度雰囲気下で合わせガラス周辺部に接着力低下が起こることがあり、0.5重量部より多くなると接着力が低くなり過ぎる上に中間膜の透明性が失われることがある。

【0024】また、上記合わせガラス用中間膜には、接着力調整剤として、さらに変性シリコンオイルが添加されてもよい。上記変性シリコンオイルとしては、例えば、エポキシ変性シリコンオイル、エステル変性シリコンオイル、アミン変性シリコンオイル等が挙げられる。これらの変性シリコンオイルは、一般にポリシロキサンに変性すべき化合物を反応させて得られる粘稠な液体である。

【0025】上記変性シリコンオイルの添加量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.005~0.5重量部が好ましく、より好ましくは0.02~0.2重量部である。

【0026】上記合わせガラス用中間膜には、金属微粒子を添加して高機能を付与してもよい。金属微粒子としては、例えば、赤外線をカットするものがよく用いられ、このような機能を付与するものとしては、例えば、錫ドーパ酸化インジウム(ITO)、アンチモンドーパ酸化錫(ATO)、アルミニウムドーパ酸化亜鉛(AZO)等が挙げられ、中でも錫ドーパ酸化インジウム(ITO)が好ましい。これら以外に、金属微粒子として、Fe、Ti、V、Al、Cu、Si等の金属の酸化物微粒子を用いることができる。上記金属微粒子の添加量は、目的とする機能や使用する成分によって適宜決定される。

【0027】上記合わせガラス用中間膜は、例えば、ポリビニルアセタール樹脂に、可塑剤、キレート剤、接着力調整剤及び必要に応じて金属微粒子、さらに必要に応じて、その他の添加剤を加え、押出機で製膜することにより得られる。上記その他の添加剤としては、例えば、押出機中での熱による変質を防止するための酸化防止剤；耐候性、耐光性改善のための紫外線吸収剤；その他各種安定剤等を挙げることができる。

【0028】次に、第4発明について説明する。第4発明の合わせガラス用中間膜は、ポリビニルアセタール樹脂、可塑剤、及び、分子内でキレート構造をとる金属塩からなるものが好適に用いられる。上記ポリビニルアセタール樹脂及び可塑剤としては、第1発明と同様の成分を用いることができる。

【0029】上記可塑剤の添加量は、第1発明と同様の理由により、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して20~60重量部が好ましい。

【0030】上記分子内でキレート構造をとる金属塩は接着力調整剤として使用されるものであり、具体的にはアセチルアセトン金属塩が好適に用いられ、中でもアセチルアセトンMgがより好ましい。アセチルアセトンMgは中間膜中での分散性がよく、吸湿による白化現象が起こり難いという利点の他に、接着力の安定性もあり、かつ有機酸を添加したときのように耐熱試験で黄変することもない。

【0031】上記分子内でキレート構造をとる金属塩の添加量は、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.001~0.5重量部が好ましく、より好ましくは0.01~0.2重量部である。添加量が0.001重量部より少なくなると接着力が高くなり過ぎることがあり、0.5重量部より多くなると接着力が低くなり過ぎる上に中間膜の透明性が失われることがある。

【0032】上記合わせガラス用中間膜には、第1発明と同様の金属微粒子を添加して機能を付与してもよい。

【0033】上記合わせガラス用中間膜には、接着力調整剤として、さらに第1発明と同様の変性シリコンオイルが添加されてもよい。変性シリコンオイルの添加量は、第1発明と同様の理由により、ポリビニルアセタール樹脂100重量部に対して0.005~0.5重量部が好ましく、より好ましくは0.02~0.2重量部である。

【0034】第4発明の合わせガラス用中間膜は、例えば、ポリビニルアセタール樹脂に、可塑剤、接着力調整剤及び必要に応じて金属微粒子、さらに必要に応じて、その他の添加剤を加え、押出機で製膜することにより得られる。その他添加剤としては、第1発明と同様のものを使用することができる。

【0035】上記合わせガラス用中間膜を用いて合わせガラスを製造するには、通常の場合ガラスの製法と同様に、予備圧着と本圧着とを行う。可塑化ポリビニルブチラール樹脂シートからなる中間膜を用いる場合は、具体的には、次のように予備圧着と本圧着とが行われる。

【0036】すなわち、予備圧着は、二枚の透明な無機ガラス板の間に中間膜を挟み込んだ積層体をニップロールに通し、例えば、圧力約0.2~1MPa、温度約50~80℃の条件で扱い脱気しながら予備圧着する方法(扱き脱気法)、或いは上記積層体をゴムバックに入れ、ゴムバックを排気系に接続して約400~750mmHgの真空(絶対圧力360~10mmHg)に吸引減圧しながら温度を上げ、約50~100℃で予備圧着する方法(減圧脱気法)が採用される。

【0037】次いで、予備圧着された積層体は、常法によりオートクレーブを用いるか或いはプレスを用いて、約120~150℃の温度、約1~1.5MPaの圧力で本圧着することにより、合わせガラスが製造される。

【0038】なお、上記ガラス板としては、無機ガラス板のみならず、ポリカーボネート板、ポリメチルメタク

リレート板などの有機ガラス板も使用することができる。また、合わせガラスの積層構成は、ガラス板／中間膜／ガラス板の三層構成のみならず、例えば、ガラス板／中間膜／ガラス板／中間膜／ガラス板のような多層構成とすることもできる。

【0039】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施例及び比較例を示す。

【0040】（実施例1～9、比較例1～6）ポリビニルアセタール樹脂（ブチラール化度68モル%、残存アセチル化度1モル%、残存ビニルアルコール31モル%、平均重合度1700）100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート40重量部、表1に示した所定量のキレート剤、接着剤調整剤及び金属微粒子、さらに紫外線吸収剤及び酸化防止剤をミキシングロールに供給して混練し、得られた

混練物をプレス成形機にて150℃、10MPaの条件で30分間プレス成形し、厚さ約0.8mmの合わせガラス用中間膜を得た。

【0041】上記合わせガラス用中間膜を恒温恒湿室内で含水率が0.4～0.5重量%となるように調整した後、2.4mm厚のフロートガラス2枚の間に挟み込み、ロール法で予備接着した後、オートクレーブで温度140℃、圧力1.3MPaで圧着し合わせガラスを得た。合わせガラスとしては、①クリアガラスのトップ面が中間膜と接するように合わせたもの、②クリアガラスのボトム面が中間膜と接する用に合わせたもの、③熱線反射ガラスのコーティング面が中間膜と接するように合わせたものの、合計3種類を作製した。

【0042】

【表1】

| | キレート剤（重量部） | | | | 接着剤調整剤（重量部） | | 金属微粒子（重量部） | |
|------|------------|------|-----------|---------------|-------------|----------------|------------|-----|
| | アセチルアセトン | EDTA | トリメチルアセトン | 4-ヒドロキシ-2-ブタン | 酢酸マグネシウム | 2-エチル 酪酸マグネシウム | ITO | ATO |
| 実施例1 | 0.1 | — | — | — | 0.05 | — | — | — |
| 実施例2 | 0.1 | — | — | — | 0.02 | 0.02 | — | — |
| 実施例3 | 0.1 | — | — | — | — | 0.05 | — | — |
| 実施例4 | — | 0.1 | — | — | 0.05 | — | — | — |
| 実施例5 | — | — | 0.1 | — | 0.05 | — | — | — |
| 実施例6 | — | — | — | 0.1 | 0.05 | — | — | — |
| 実施例7 | 0.1 | — | — | — | 0.05 | — | 0.3 | — |
| 実施例8 | 0.2 | — | — | — | 0.04 | 0.04 | 1 | — |
| 実施例9 | 0.1 | — | — | — | — | 0.1 | — | 0.5 |
| 比較例1 | — | — | — | — | 0.05 | — | — | — |
| 比較例2 | — | — | — | — | — | 0.05 | — | — |
| 比較例3 | — | — | — | — | 0.05 | — | 0.3 | — |
| 比較例4 | — | — | — | — | 0.04 | 0.04 | 1 | — |
| 比較例5 | — | — | — | — | 0.08 | 0.08 | 1 | — |
| 比較例6 | — | — | — | — | 0.04 | 0.04 | 1 | — |

【0043】上記各実施例及び各比較例で得られた合わせガラスについて、下記項目の性能評価を行い、その結果を表3に示した。

【0044】（1）パンメル値

上記3種類の合わせガラスを18℃±0.6℃の条件で16時間調整した後、頭部が0.45kgのハンマーで打壊し、ガラスの粒径が6mm以下になるまで粉碎した。ガラスが部分剥離した際の中間膜の露出度（%）を予めグレード付けした限度見本で判定し、その結果を表2に従ってパンメル値で表した。パンメル値は3～7が

適正值であり、実施例1～6及び比較例1、2については初期値はトップ面、ボトム面及びコーティング面のそれぞれの差が±1以内のものを○とした。また、実施例7～9及び比較例3～6は、トップ面についてのみパンメル初期値を測定した。尚、本試験は、中間膜のガラスに対する接着性の評価方法であり、パンメル値が大きくなるほど接着力が大きくなる。経時後は、合わせガラス（トップ面が中間膜と接するもの）をさらに50℃の環境下で4週間放置した後、同様にパンメル値を判定した。

【0045】

【表2】

| 中間膜の露出度 (%) | パンメル値 |
|-------------|-------|
| 100 | 0 |
| 90 | 1 |
| 85 | 2 |
| 60 | 3 |
| 40 | 4 |
| 20 | 5 |
| 10 | 6 |
| 5 | 7 |
| 2以下 | 8 |

【0046】(2) 耐湿試験

合わせガラス（トップ面が中間膜と接するもの）を、80℃、相対湿度95%の環境下で1週間放置した後取り出し、直ぐに周辺部の白化の有無を目視観察により判定すると共に、白化の距離を周辺から測定し3mm以内のものを○とした。

【0047】

【表3】

| | パンメル値 | | | | パンメル値 | 耐湿性評価 | |
|------|-------|------|---------|------|-------|--------------|----|
| | 初期値 | | | 経時後 | | 白化距離 (mm) | 判定 |
| | トップ面 | ボトム面 | コーティング面 | トップ面 | | | |
| 実施例1 | 5 | 5 | 5 | 5 | ○ | 2 | ○ |
| 実施例2 | 5 | 5 | 5 | 5 | ○ | 1 | ○ |
| 実施例3 | 4 | 4 | 4 | 4 | ○ | 0.5 | ○ |
| 実施例4 | 5 | 5 | 5 | 5 | ○ | 1 | ○ |
| 実施例5 | 5 | 5 | 5 | 5 | ○ | 1 | ○ |
| 実施例6 | 5 | 5 | 5 | 5 | ○ | 1 | ○ |
| 実施例7 | 4 | — | — | 4 | ○ | 1 | ○ |
| 実施例8 | 4 | — | — | 4 | ○ | 0.5 | ○ |
| 実施例9 | 5 | — | — | 5 | ○ | 0.5 | ○ |
| 比較例1 | 5 | 6 | 7 | 5 | △ | 6 | × |
| 比較例2 | 6 | 7 | 8 | 8 | × | 2 | ○ |
| 比較例3 | 9 | — | — | 9 | × | 1 | ○ |
| 比較例4 | 9 | — | — | 9 | × | 0.5 | ○ |
| 比較例5 | 8 | — | — | 8 | × | 0.5 | ○ |
| 比較例6 | 9 | — | — | 9 | × | 0.5 | ○ |

コーティング面は、金属/金属酸化物のコーティング面である。

【0048】（実施例10、比較例7、8）実施例1と同様のポリビニルブチラール樹脂100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート40重量部、及び、表4に示した所定量の接着剤調整剤、さらに紫外線吸収剤及び酸化防止剤をミキシングロールに供給して混練し、得られた混練物をプレス成形機にて150℃、10MPaの条件で30分間プレス成形し、厚さ約0.8mmの合わせガラス用中間膜を得た後、実施例1と同様の方法によって合わせガラスを作製した。

【0049】上記実施例10及び比較例7、8で得られた合わせガラスについて、実施例1と同様の項目の性能

評価及び下記(3)耐熱試験の評価を行い、その結果を表4に示した。尚、パンメル値はトップ面が中間膜と接するものについてのみ測定した。

(3) 耐熱試験

合わせガラスを100℃の恒温槽に3ヶ月間放置し、外観の変化を目視観察した。

【0050】（実施例11～13、比較例9～13）実施例1と同様のポリビニルブチラール樹脂100重量部に、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート40重量部、表4に示した所定量の接着剤調整剤及び金属微粒子を添加し、さらに紫外線吸収剤及び酸化防止剤を加えたものを二軸同方向の押出機を

用いて成膜し、厚さ約0.8mmの合わせガラス用中間膜を得た後、実施例1と同様の方法によって合わせガラスを作製した。

【0051】上記実施例11～13及び比較例9～13で得られた合わせガラスについて、実施例1と同様の項

目の性能評価を行い、その結果を表4に示した。尚、パンメル値はトップ面についてのみ測定した。

【0052】

【表4】

| | 接着力調整剤 (重量部) | | | 金属微粒子 (重量部) | | パンメル値 | 耐湿性評価 | | 耐熱試験 |
|-------|---------------------|-----------------------|---------------------|-------------|-----|-------|-----------|----|------|
| | 7-ヒドロキシ-2-ナフチルアルコール | 酢酸7-ヒドロキシ-2-ナフチルアルコール | 2-ヒドロキシ-2-ナフチルアルコール | ITO | ATO | | 白化距離 (mm) | 判定 | |
| 実施例10 | 0.1 | — | — | — | — | 5 | 0.5 | ○ | ○ |
| 比較例7 | — | 0.06 | — | — | — | 5 | 4 | × | ○ |
| 比較例8 | — | 0.03 | 0.2 | — | — | 4 | 1 | ○ | ※ |
| 実施例11 | 0.1 | — | — | 0.3 | — | 5 | 0.5 | ○ | — |
| 実施例12 | 0.15 | — | — | 1 | — | 6 | 0.5 | ○ | — |
| 実施例13 | 0.1 | — | — | — | 0.5 | 5 | 0.5 | ○ | — |
| 比較例9 | — | 0.04 | — | 0.3 | — | 9 | 1 | ○ | — |
| 比較例10 | — | 0.02 | 0.02 | 1 | — | 9 | 0.5 | ○ | — |
| 比較例11 | — | 0.02 | 0.02 | — | 0.5 | 9 | 0.5 | ○ | — |
| 比較例12 | — | 0.04 | — | — | — | 4 | 5 | × | — |
| 比較例13 | — | 0.02 | 0.02 | — | — | 4 | 2 | ○ | — |

※：黄変あり

【0053】

【発明の効果】本発明の合わせガラス用中間膜及び合わせガラスは、上述の構成であり、初期及び経時変化後に

においても安定した接着性を有し、かつ、吸湿によって合わせガラス周辺部の白化が起こり難い。また、金属微粒子を添加しても適正な接着力を維持することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

C08L 29/14

C09K 3/00

識別記号

105

F I

C08L 29/14

C09K 3/00

ターマート (参考)

105

Fターム (参考) 4G061 AA00 AA02 AA03 AA04 AA10
AA20 AA21 BA02 CB05 CB18
CD03 CD18 DA38
4J002 BE061 DE098 DE108 EE046
EG037 GP00